



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

208431

(11)

(B1)

(22) Přihlášeno 27 11 79
(21) (PV 8159-79)

(40) Zveřejněno 31 12 80

(45) Vydáno 01 02 84

(51) Int. Cl.³
G 01 N 27/30

(75)

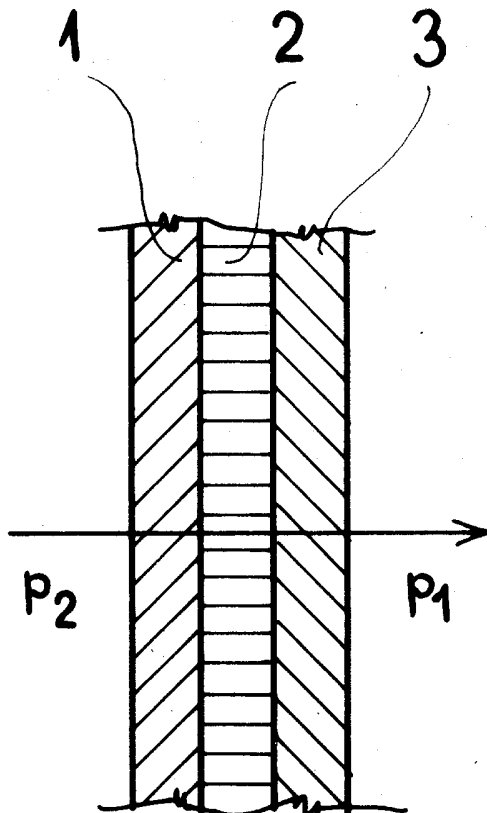
Autor vynálezu

BERAN JAROSLAV ing., PRUSÍK ZDENĚK dr., ŠTĚPÁNEK JIŘÍ,
KAŠIČKA VÁCLAV dr. a SIMONIDES JAN ing., PRAHA

(54) Mikroporézní elektroda pro elektromigrační procesy s odstraňováním plyn-
ných produktů elektrolýzy a způsob její výroby

Vynález se týká mikroporézní elektrody s hydrofobní vrstvou pro elektromigrační procesy s odstraňováním plyných produktů elektrolýzy a způsobu její přípravy.

Podstatou vynálezu je mikroporézní elektroda s hydrofobní vrstvou pro elektromigrační procesy s odstraňováním plyných produktů elektrolýzy s nejméně jednou hydrofilní vrstvou, elektricky vodivou vytvořenou z práškových kovů vybraných ze skupiny platinových kovů, stříbra, niklu, jejich slitin a směsí anebo práškového grafitu. Podstatou vynálezu je dále způsob přípravy mikroporézní elektrody, spočívající v tom, že se hydrofilní a hydrofobní vrstva na sebe v surovém stavu naválí, načež se vyžijí při teplotě 310 až 340 °C, vyluhují v rozpouštědle a vysuší. Mikroporézní elektroda podle vynálezu je určena pro přívod proudu do elektromigračních zařízení.



Vynález se týká mikroporézní elektrody pro elektromigrační procesy s odstraňováním plyných produktů elektrolýzy, složené z porézní hydrofobní a nejméně jedné porézní hydrofilní elektricky vodivé vrstvy a způsobu její výroby.

Dosud známá zařízení na provádění elektroforézy v elektrolytech obecného složení používají kompaktní kovové nebo grafitové elektrody. U těchto elektrod dochází při vyšším napětí než je vylučovací napětí ionizovaných složek elektrolytu k vylučování těchto složek na povrchu elektrod, odkud se pak dostávají do elektrolytu. Složky, vyloučené ve formě plynových bublin jednak zmenšují aktivní plochu elektrody přenášející elektrický proud, jednak se uvolňují do elektrolytu, kde způsobují nehomogenity elektrického pole a snížení efektivní vodivosti elektrolytu. Tyto efekty se výrazně projevují u vertikálně orientovaných elektromigračních komor a u elektromigračních komor pracujících v podmínkách beztláče.

K odstranění bublin plynů se užívá buď cirkulace elektrolytu v uspořádání umožňujícím gravitační únik bublin do otevřeného prostoru nebo při použití v beztláčovém stavu nuceného průchodu elektrolytu obsahujícího bubliny přes hydrofobní jednovrstvé membrány. Nevýhodou těchto zařízení je nutnost odstraňovat příměsi plynů z elektrolytů v přídatném zařízení, případně v uspořádání s vynucenou orientací vůči gravitačnímu poli a současně zde vzniká riziko gravitačního úniku zbylých bublin do elektromigrační komory.

Mikroporézní elektroda podle vynálezu zamezuje úniku elektrolytu ze zařízení a současně se vylučuje jakákoliv možnost vnikání plynu do elektrolytu. Hydrofilní vrstva s hydrofilními a hydrofobními pózy umožňuje styk elektrolytu s kovovými částicemi, rozvádějícími elektrický proud do elektrolytu, kde působí deionizaci iontů generovaného plynu a odvádí molekuly do hydrofobní vrstvy. Hydrofobní vrstva zajišťuje výstup z elektrodového prostoru, zabráňuje úniku elektrolytu a elektricky izoluje vůči okolí elektrody.

Tyto nevýhody jsou odstraněny mikroporézní elektrodou pro elektromigrační procesy s odstraňováním produktů elektrolýzy podle vynálezu, jehož podstata spočívá v tom, že mikroporézní elektroda je tvořena porézní hydrofobní vrstvou a nejméně jednou porézní hydrofilní vrstvou elektricky vodivou, vyrobenou z práškových kovů vybraných ze skupiny platinových kovů nebo niklu, stříbra, grafitu či jejich kombinací.

Mikroporézní elektroda se připravuje způsobem podle vynálezu, jehož podstata spočívá v tom, že se 10 % až 50 % hmotnostních polytetrafluoretylenu ve vodní suspenzi s částicemi 10^{-7} až 10^{-5} m rozpustí do etanolové suspenze 90 % až 50 % hmotnostních práškových kovů vybraných ze skupiny platinových kovů, niklu, stříbra, grafitu nebo jejich směsí, načež se tato suspenze převede do nepolárního organického rozpouštědla například benzinu, benzenu a jeho homologů s metylovým, etylovým nebo propylovým radikálem například toluenu,

xyleny nebo do jejich směsí v poměru 1 % až 100 %, vzniklá kaše se vyválí nebo vytlačí na plát, získá se tak hydrofilní vrstva elektrody, která se vysuší a naválí na shodným způsobem vyrobený plát hydrofobní vrstvy elektrody ze směsi 10 % až 50 % hmotnostních polytetrafluoretylenu ve vodní suspenzi s částicemi 10^{-7} až 10^{-5} m a 90 % až 50 % hmotnostních plnidla, vybraného z anorganických nebo organických ve vodě rozpustných solí alkalických kovů nebo vápníku například chloridů, síranů, fosforečnanů, octanů, štávelanů nebo práškových kovů, například železa, niklu, mědi, zinku, hliníku, hořčíku a jejich směsí v poměru 1 % až 100 % v etanolové suspenzi, převedení kašovitě směsi do nepolárního rozpouštědla například benzinu, toluenu, xyleny, jejího vyválění a vysušení.

Surová elektroda sestavená z obou vysušených na sebe naválených plátů hydrofilní a hydrofobní vrstvy se vyžihá při teplotě 327 °C až 360 °C a odstraní se plnidla z hydrofobní části elektrody a sice u kovů rozpouštěním ve zředěné kyselině chlorovodíkové, sírové, dusičné o koncentraci 1 % až 30 % nebo v hydroxydech alkalických kovů se stejnou koncentrací (byl-li plnidlem hliník nebo hořčík), ve vodě rozpustné sole a zbytky kyselin nebo hydroxydů se opakovaným vyvážením nebo vymáčením elektrody ve vodě sniží na koncentraci maximálně 10^{-8} kg na 1 kg vyluhu a elektroda se vysuší při teplotě maximálně do 250 °C.

Na přiloženém výkrese je znázorněno konkrétní provedení mikroporézní elektrody podle vynálezu, složené ze tří vrstev. Mikroporézní elektroda je tvořena dvěma hydrofilními vrstvami 1 a 2 a jednou vrstvou hydrofobní 3, které jsou navzájem spojeny chemicky inertní a elektricky nevodivou složkou, v tomto případě polytetrafluoretylenem, umožňující průchod plynu ve směru od hydrofilní vrstvy k vrstvě hydrofobní a dále do okolního prostředí s tlakem p_1 . Nekovová hydrofobní vrstva 3 zamezuje úniku elektrolytu s tlakem p_2 ze zařízení, přičemž k úplnému odstranění plynu je zapotřebí minimální přetlak elektrolytu vůči okolnímu prostředí. Hydrofilní vrstva zdokonaluje tuto elektrodu tím, že zcela vylučuje jakoukoliv možnost úniku plynu do elektrolytu.

Výše popsany vynález je dále dokumentován na příkladech provedení, aniž by se tím jakkoliv omezoval.

Příklad 1

Příprava hydrofilní vrstvy.

40 % hmotnostních 60 % vodní suspenze polytetrafluoretylenu s rozměrem částic 10^{-7} až 10^{-5} m se rozpustilo v 60 % hmotnostních etanolové suspenze platinového prášku, získaného redukcí hydrazinem z roztoku chlorplatičitanu sodného, načež se tato suspenze převedla do toluenu a vzniklá kaše se vyválila na plát, který se vysušil při teplotě 95 °C.

Příprava hydrofobní vrstvy

50 % hmotnostních polytetrafluoretylenu o velikosti částic jako při přípravě hydrofilní vrstvy se

smíchá s 50 % hmotnostními etanolové suspenze chloridu sodného, načež se tato suspenze převede do technického benzínu a z této kaše se vyválí plát o tloušťce 0,2 mm a vysuší.

Výroba elektrody

Takto získané vrstvy se za sucha na sebe nalisují a vyžihají se při teplotě 330 °C a plnidlo (chlorid sodný) se vyluhuje ve vařící vodě 5× po 20 minutách. Takto připravená a vysušená elektroda byla použita pro přívod proudu do elektromigračního zařízení.

Příklad 2

Příprava hydrofilní vrstvy

50 % hmotnostních polytetrafluoretylenu s částicemi jako v příkladě 1 bylo smícháno v etanolové suspenzi s 50 % hmotnostními práškového stříbra a vzniklá suspenze byla převedena do xylenu. Z kaše byl vyváln plát o tloušťce 0,15 mm, který byl vysušen při teplotě 100 °C.

Příprava hydrofobní vrstvy

20 % hmotnostních polytetrafluoretylenu ve vodní suspenzi bylo smícháno s 80 % hmotnostními etanolové suspenze hliníkového prášku o rozměru částic 10^{-7} až 10^{-5} m a vzniklá suspenze byla převedena do xylenu. Z kaše byl vylisován plát, který byl vysušen při teplotě 100 °C.

Výroba elektrody

Takto získané pláty byly spolu slisovány za sucha a vyžihány při teplotě 340 °C. Získaný meziprodukt byl loužen v 30 % roztoku hydroxydu sodného a po pětinasobném promytí horkou vodou vysušen a použit jako elektroda pro přívod proudu pro elektroforézu.

Příklad 3

Příprava hydrofilní vrstvy

Hydrofilní vrstva byla připravena stejně jako u příkladu 1 avšak s tím rozdílem, že bylo použito 40 % hmotnostních polytetrafluoretylenu a směsi 30 % hmotnostních práškového grafitu s 30 % hmotnostními práškového niklu.

Příprava hydrofobní vrstvy

Byl použit stejný způsob jako u příkladu 1.

Výroba elektrody

Po slisování obou vrstev a jejich tepelném zpracování při 350 °C bylo provedeno vyluhování plnidla vařící vodou. Elektroda byla po vysušení připravena k použití.

Příklad 4

K přípravě hydrofilní vrstvy bylo použito stejného způsobu jako v příkladu 2 s tím rozdílem, že bylo stříbro nahrazeno grafitem. Pro přípravu hydrofobní vrstvy byl použit postup z příkladu 2, rovněž tepelné zpracování elektrody a vyluhování

roztokem hydroxydu sodného a vodou bylo shodné.

Příklad 5

Pro přípravu hydrofilní vrstvy byl použit postup z příkladu 3. Pro přípravu hydrofobní vrstvy bylo použito 30 % hmotnostních polytetrafluoretylenu o velikosti částic 10^{-7} až 10^{-5} m a jako plnidla 70 % hmotnostních šťavelanu sodného. Pro výrobu elektrody byl zachován postup jako v příkladu 3.

Příklad 6

Příprava hydrofilní vrstvy

30 % hmotnostních polytetrafluoretylenu bylo smícháno se 70 % hmotnostními práškové směsi platina iridium o složení 90 % hmotnostních platiny a 10 % hmotnostních iridia. Etanolová suspenze směsi byla převedena do benzenu, z kaše vyváln plát o tloušťce 0,2 mm a vysušen.

Příprava hydrofobní vrstvy

20 % hmotnostních polytetrafluoretylenu ve vodní suspenzi bylo smícháno s 80 % hmotnostními etanolové suspenze práškového niklu a směs byla převedena do xylenu. Z kaše byl vyváln příslušný plát elektrody a vysušen.

Výroba elektrody

Obě vrstvy byly za sucha na sebe naváleny, vyžihány při teplotě 350 °C a po zchlazení vyluhovány 15 % (hmotnostních) roztokem kyseliny chlorovodíkové, promyty pětkrát horkou vodou a vysušeny.

Podle uvedených příkladů získané elektrody byly umístěny rovnoběžně v elektromigračním prostoru tak, že hydrofilní vrstvy byly orientovány směrem k sobě navzájem a byly v kontaktu s elektrolytem. Elektrody lze v elektromigračním zařízení umístit např. tak, že jedna z elektrod vytváří dno elektromigračního prostoru a druhá jeho víko, tj. pracuje se ve vertikálním uspořádání gelové preparativní nebo analytické gelové elektroforézy, případně gradientové tenkovrstvé beznosičové elektroforézy nebo izoelektrické frakcionace v gradientu hustoty. Elektrody mohou být umístěny také horizontálně nebo symetricky vůči gravitačnímu poli, tj. v kontinuální průtokové elektroforéze, izotachoforéze, případně izoelektrické fokusaci bez nosiče.

Stejným postupem jako jsou připravovány dvouvrstvé elektrody je možno připravit i elektrody vícevrstvé, u nichž každá z vrstev může mít svou specifickou funkci. Např. třetí vrstva může mít výrazně hydrofilní vlastnosti, takže zcela zabraňuje nežádoucímu úniku plynu do prostoru elektrolytu.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

1. Mikroporézní elektroda pro elektromigrační procesy s odstraňováním plynných produktů elektrolyzy, vyznačená tím, že se skládá z porézní

hydrofobní polytetrafluoretylenové vrstvy a nejméně jedné porézní hydrofilní, elektricky vodivé vrstvy vytvořené z práškových kovů vybraných ze

208431

skupiny platinových kovů, nebo niklu, stříbra, grafitu nebo jejich kombinací v rozmezí 1 % až 100 % hmotnostních, vázaných polytetrafluorethylenem.

2. Způsob výroby mikroporézní elektrody podle bodu 1 vyznačený tím, že 10 % až 50 % hmotnostních polytetrafluorethylenů ve vodní suspenzi s částicemi velikosti 10^{-7} až 10^{-5} m rozptýlenými v etanolové suspenzi 90 % až 50 % hmotnostních práškových kovů například platiny, niklu, stříbra, se převede do nepolárního organického rozpouštědla vybraného ze skupiny parafinických kapalných uhlovodíků například benzinů nebo benzenu a jeho homologů s methylovým, ethylovým nebo propylovým radikálem například toluen, xyleny, nebo jejich směsi v poměru z rozmezí 1 % až 100 %, vzniklá kaše se vyválí nebo vytlačí na plát takto vyrobené hydrofilní vrstvy elektrody, vysuší a naválí se na shodným způsobem vyrobený plát hydrofobní vrstvy elektrody ze směsi 10 % až 50 % hmotnostních polytetrafluorethylenů ve vodní suspenzi s částicemi 10^{-7} až 10^{-5} m a z 90 % až

50 % hmotnostních plnidla, vybraného z anorganických nebo organických ve vodě rozpustných solí alkalických kovů nebo vápníku, například chloridů, síranů, fosforečnanů, octanů, štavelanů nebo práškových kovů například železa, niklu, mědi, zinku, hořčíku, hliníku a jejich směsí v poměru 1 % až 100 % v etanolové suspenzi po převedení směsi do nepolárního organického rozpouštědla například benzinu, benzenu, toluenu, xylenu, jejího vyvážení a vysušení.

3. Způsob výroby podle 1 a 2 vyznačený tím, že se surová elektroda vyžihá při teplotě 327 °C až 360 °C a odstraní se plnidla z hydrofobní části elektrody a sice u kovů rozpouštěním ve zředěné kyselině sírové, chlorovodíkové či dusičné o koncentraci v rozmezí 1 % až 30 %, nebo v hydroxydech alkalických kovů se stejnou koncentrací, ve vodě rozpustné sole a zbytky kyselin nebo hydroxydů se opakovaným vyvážením nebo vymáčením elektrody ve vodě sníží na koncentraci maximálně 10^{-8} na 1 kg výluhu a elektroda se vysuší při teplotě maximálně 250 °C.

